

## ABSTRACT

Publication number: H08-511862

Date of publication of application: 10.12.1996

---

Int. Cl.	F 26 B 17/10 A 23 C 1/04 A 23 L 3/46 A 61 K 9/14 B 01 D 1/18
----------	--

---

Application number: H07-502428	Applicant: HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN
Date of filing: 18.06.1994	Inventor: RAEHSE WILFRIED EFFEY GUNTER

---

### DRYING OF WATER-CONTAINING USEFUL MATERIALS OR MIXTURES THEREOF WITH SUPERHEATED STEAM

#### Abstract:

**PURPOSE:** To provide a process for drying using superheated and circulated steam as a drying gas, which enables to prevent a product from caking on an inner walls of a tower with an excessive residence time so that the product would not suffer any thermal damage.

**CONSTITUTION:** A fine water mist or steam with a temperature below an entry temperature of a superheated steam is introduced as auxiliary fluid into a part of a drying tower which is situated beneath the lowermost superheated steam inlet. The auxiliary fluid is allowed to flow through a double jacket with a permeable inner wall and the flow is guided tangentially to the inner wall.

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平8-511862

(43) 公表日 平成8年(1996)12月10日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	
F 26 B 17/10		9140-3L	F 26 B 17/10	B
A 23 C 1/04		9152-4B	A 23 C 1/04	
A 23 L 3/46		9452-4B	A 23 L 3/46	
A 61 K 9/14		9344-4D	B 01 D 1/18	
B 01 D 1/18		9345-4D	B 01 J 2/04	
			審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 12 頁) 最終頁に続く	

(21) 出願番号	特願平7-502428	(71) 出願人	ヘンケル・コマンディットゲゼルシャフト・アウフ・アクチエン
(86) (22) 出願日	平成6年(1994)6月18日		ドイツ連邦共和国 デ—40191 デュッセルドルフ(番地の表示なし)
(85) 翻訳文提出日	平成7年(1995)12月25日	(72) 発明者	レーゼ、ヴィルフリート
(86) 國際出願番号	PCT/EP94/01987		ドイツ連邦共和国 デ—40589 デュッセルドルフ、バーレンシュトラアセ 168番
(87) 國際公開番号	WO95/00222	(72) 発明者	エッファイ、グンター
(87) 國際公開日	平成7年(1995)1月5日		ドイツ連邦共和国 デ—40789 モーンハイム、ロベルトコッホーシュトラアセ 9番
(31) 優先権主張番号	P 4 3 2 1 3 6 1. 8	(74) 代理人	弁理士 青山 葵 (外2名)
(32) 優先日	1993年6月26日		最終頁に続く
(33) 優先権主張国	ドイツ(DE)		

(54) 【発明の名称】 過热水蒸気による含水有用材料またはその混合物の乾燥

(57) 【要約】

垂直塔内で乾燥ガスとして下降する乾燥する材料に対して向流に流す過热水蒸気を使用して運転する。微細な水のミストまたは水蒸気を乾燥塔の最も低い水蒸気入口の下に位置する部分に補助流体として導入し、その温度は高温水蒸気の入口温度よりも低く、補助流体は通気性のある内壁を備えた二重ジャケットを経て流し、その流れを内壁に接するようにおよび／または放射状に方向付ける。長すぎる滞留時間によるハウジング内壁上での製品の焼き付きを防ぎ、それにより製品の熱的損傷を回避する。

## 【特許請求の範囲】

1. 含水有用材料またはその混合物、特に熱感受性が高く、好ましくは湿潤剤、洗剤および／または清浄剤製品として、またはこれらの中にて使用するのに適当な含水有用材料またはその混合物の、垂直塔内で乾燥ガスとして過熱水蒸気を下降する乾燥する材料に対して向流に循環させて使用する乾燥方法であって、
  - a) 過熱水蒸気の入口温度よりも低い温度の微細な水のミストまたは水蒸気を、乾燥塔の最も低い過熱水蒸気入口の下に位置する乾燥塔の部分に補助流体として導入し、
  - b) 補助流体を通気性のある内壁を備えた二重ジャケットを介して流し、
  - c) その流れを内壁に対して接線方向および／または放射状（半径方向）にガイドすることを特徴とする乾燥方法。
2. 補助流体を間欠式に流すことを特徴とする請求項1に記載の方法。
3. 補助流体を内壁のセグメントの鱗片状重複によって形成された二重ジャケットの内壁内の多数のスロットを介して流すことを特徴とする請求項1または2に記載の方法。
4. 補助流体を水蒸気サーキットから取り出すことを特徴とする請求項1～3のいずれかに記載の方法。
5. 水、好ましくは微細に噴霧した形態および／またはミスト状態のものを、連続的にまたは非連続的に、塔の下方部分を更に冷却する為に、最も低い水蒸気入口と塔底の間に位置する空間において噴霧することを特徴とする請求項1～4のいずれかに記載の方法。
6. 冷却した、少し過熱した水蒸気を、好ましくは100～150℃の温度、とりわけ110～120℃の温度のものを水の代わりにあるいは水と共に塔の下方部分に導入することを特徴とする請求項5に記載の方法。
7. 冷却した、少し過熱した水蒸気をヒーター段階の前にスチームサーキットの外側部分から取り出すこと特徴とする請求項6に記載の方法。
8. 水および／または冷却した水蒸気を塔の下方部分の温度に応じて導入する

ことを特徴とする請求項5～7のいずれかに記載の方法。

9. ある温度またはある温度範囲を形成することを特徴とする請求項8に記載の方法。

10. 冷媒、即ち、水および／または水蒸気を、コーンの横断面にわたって均一な冷却を得る為に、塔コーンのある高さで塔コーンの周りに規則的な間隔で配列したノズルの環を介して導入することを特徴とする請求項5～9のいずれかに記載の方法。

11. 塔の下方部分の横断面および高さの両方にわたって均一な冷却を得る為に、異なった高さに配置した幾つかのノズルの環を介して冷媒を導入することを特徴とする請求項10に記載の方法。

12. 化学工業、化粧品および／または医薬品産業の含水製品、あるいは食品工業および乳製品業の含水製品を乾燥して、特に粉末状または凝集物状あるいは流動可能な濃厚物の状態に転化することを特徴とする請求項1～11のいずれかに記載の方法。

13. 100℃以下の温度および常圧における熱に敏感な湿った製品の乾燥のための請求項1～12のいずれかに記載の方法の使用。

14. 不活性高温ガスストリームを使用する、特に湿潤剤、洗剤および清浄剤製品またはそれらの成分、殺菌剤、除草剤並びに殺虫剤および／または医薬品あるいは化粧品の助剤並びに有用材料の分野の、粉塵爆発し易い材料および／または毒性のある材料および／または溶剤を含有する材料および／または飛散する傾向のある材料の排気のない乾燥または排気を制御した乾燥における請求項1～12のいずれかに記載の方法の使用。

15. 多段階の乾燥プロセスの一段階としての噴霧乾燥の形態での、特に乳製品を包含する食品、化粧品およびこれらに使用する助剤の製造におけるそのような形態での請求項1～12のいずれかに記載の方法の使用。

## 【発明の詳細な説明】

## 過熱水蒸気による含水有用材料またはその混合物の乾燥

本発明は、含水有用材料（または含水有用物質）またはその混合物、特に熱感受性が高く（熱に敏感であり）、好ましくは湿润剤（wetting agent）、洗剤および／または清浄剤製品として、またはこれらの中に使用するのに適当な含水有用材料またはその混合物の、垂直塔（vertical tower）内で乾燥ガスとして過熱水蒸気を下降する乾燥する材料に対して向流に循環させて使用する乾燥方法に関する。

乾燥ガスとして過熱水蒸気を使用する、湿润剤、洗剤および／または清浄剤製品として適当な有用材料および有料材料の混合物の水性配合物の乾燥は、出願人による国際特許出願第WO 92/5849号により既知である。乾燥ガスとして熱風を使用する従来の噴霧乾燥に対するこの乾燥方法の利点は、一つには酸素が存在しない点であり、それにより純粹な有機物または実質上有機物である有用材料、例えば天然物を基剤とするそのような界面活性剤の乾燥にみられる問題、例えば酸化的損傷または火災の危険が避けられる。乾燥ガスの循環により、運転に際しては事実上廃ガスがない。とりわけ乾燥ガスの基本的な相違に起因する他の利点は指示した該文献中に見ることができる。

廃ガスを発生せずに乾燥工程を実施可能にする乾燥ガスの循環は、装置を密閉しなくてはならないことを意味する。乾燥ガスとして熱風または高温熱燃焼ガスを使用する従来の噴霧乾燥にあるような外気の存在は、この場合では不可能であり、あるいは少なくとも不適当であろう。従って、過熱水蒸気を用いて操作する乾燥装置の密閉構造では、最も低い過熱水蒸気入口の下に実質上流れの無い空間が形成され、その内側で温度は過熱水蒸気の導入温度と実質上一致する。乾燥塔の下方部分の壁もまた、特別な予防措置を行わない限りこの温度である。

乾燥しようとする製品、特に有機物の製品には、乾燥後、粘着性を有するか、または少なくとも乾燥プロセスの過程で粘着状態（adhesive phase）にあるもの

が多い。従って、完全にまたは部分的に乾燥した粒状物は、一方では粒同士で固まりあい（ケーキング）、また他方では塔の過熱水蒸気入口の下に位置する実質

上流れの無い空間の内壁上でケーキングする。この現象は、粒状物のその空間での比較的長い滞留時間によって強められる。塔の高温壁上でケーキング（caking、焼き付き）した粒状物に対する熱的損傷は避けがたい。

乾燥ガスとして熱風を使用する従来の噴霧乾燥では、乾燥塔の下方端部にある常時開口しているチャンネルから製品を迅速に排出することによってこの問題を解決している。この解決方法は、廃ガスを実質的に存在させずに作動させる、循環式の乾燥ガスを用いる乾燥に適用できない。

熱可塑性の材料および糖を含有する食品が噴霧乾燥器の塔壁上でケーキングすることによる問題は、従来技術により周知である [カーラー・クレル (K. Kröll)、トロックヌングステヒニク (Trocknungstechnik)、第2巻、トロックナー・ウント・トロックヌングスフェアファーレン (Trockner und Trocknungsverfahren) (乾燥機および乾燥プロセス (Dryers and Drying Processes))、第2版、1978年、シュプリンガー・フェアラーク (Springer Verlag)、294頁]。この種類の材料は、乾燥の終わりに近づいてやや高い温度においても軟らかく粘着性を維持している。この問題を解決する為に、このような材料に使用する乾燥器の壁には、通気性のあるケーシング (casing) を備えるか、あるいはその代わりに、クリーニングジェット (cleaning jet) を乾燥塔の内部で回転させて冷気で粉末を吹き飛ばす。冷たく湿気のない空気流を乾燥器内に、壁の内側に沿って吹き流すように下向きの冷気のカーテンの形態となるように導入できることもまた周知である。冷気または冷気のカーテンの導入は、円筒状の乾燥塔の下方端部、特に円錐形の排出漏斗口に設定する。この冷気は、コーン (cone、円錐形部分) のアタッチメント部位に配した環状チャンネルおよび空気分配器プレートを介して二重ジャケットの内部に導入され、二重ジャケットの内壁は、内側と外側の壁が互いにごく接近しているレベルで入口の下で実質的に終わっている。冷気は狭い環状の間隙を通って流れ、またこのアレンジメントによって、コーンの内壁に沿って接線方向に強制的に流れる。

噴霧乾燥プラントの排出コーン内への冷気の導入のもう1つの例は、カーラー・クレル (K. Kröll)、トロックヌングステヒニク (Trocknungstechnik)、第3巻、

ヴェー・カスト (W. Kast) らによる“トロッケン・ウント・トロックナー・イン・プロドゥクチオーン (Trocken und Trockner in Produktion) (乾燥および製造に用いる乾燥機 (Drying and Dryers in Production) ) ”、シュプリンガー・フェアラーク (Springer Verlag)、1989年、188頁、第3・20図に見られる。コーヒー抽出物をこの噴霧乾燥塔で乾燥する。この場合もまた、冷気を環状チャンネルを介してコーン内へ導入する。残念ながら、この文献では冷気の導入に関してこれ以上詳細な記載は見られない。

乾燥媒体として熱い空気を用いて運転する従来の噴霧乾燥器では、冷気の導入は、コーンの内壁に沿って接線方向に浮揚するようにする場合であっても、十分である。この種類の乾燥器は通常開口している排出コーンを装備して作動させ、とりわけ洗剤および洗剤成分の噴霧乾燥器内では粉塵の外部への放出を防ぐために軽く減圧して作動させる。このように下方から乾燥塔内へ流れる外気は渦巻き効果をもたらし、これは、噴霧乾燥器の下方部分での過度の温度上昇を防いでいる。加えて、開口している排出コーンは乾燥した製品の迅速な排出を可能にし、その為、塔の下方部分での乾燥製品の滞留時間は短い。

これらの条件下において、上述の排出コーンへの冷気の注入は、軟らかく粘着性のある製品の壁の上のケーキングを、製品が許容できない熱的損傷を被らない程度に減少させるのに十分である。しかし、わずかの加圧下で循環する過熱水蒸気を用いて乾燥する場合、周知の方法では乾燥する材料への実質的な損傷を防止する必要性に応じきれない。この点に関して高い品質基準が、特に食品および洗剤の製造において求められる。

従って、過熱して循環させる水蒸気を乾燥ガスとして使用する乾燥工程において、本発明が解決すべき問題は、塔の内壁上での長すぎる滞留時間による製品のケーキングを防止して、製品を熱的損傷も被らないようにすることである。

本発明に従って、この問題の解決方法は、

a) 過熱水蒸気の入口温度よりも低い温度の微細な水のミストまたは水蒸気を、

最も低い過熱水蒸気入口の下に位置する乾燥塔の部分に補助流体として導入し、

b) 補助流体を通気性のある内壁を備えた二重ジャケットを介して流し、

c) その流れを内壁に対して接線方向にガイドする（導く）  
ことを特徴とする。

乾燥塔の下方部分および塔壁を冷却し洗浄する媒体 (cooling and cleaning) としての微細な水のミストまたは水蒸気の選択は、密閉された循環系内の水蒸気雰囲気の汚染を避ける。冷却流体が塔内部に流れ込む前に、二重ジャケットを介して流れる水蒸気または水ミストが最初に乾燥塔の排出ゾーン内の内壁を冷却する。その後の接線方向流れは、乾燥する粘着性の材料のケーキングを防ぎ、または少なくとも減少させる。しかし、補助流体を間欠的に、すなわち脈動（パルス）的に流すと特に都合よい。既に存在しているケーキを内壁に接するように流れる水蒸気または水ミストのジェット様の衝撃によって吹き飛ばす。流速を高めることにより相応して強化される補助流体のジェット様の衝撃により、連続して流れる水蒸気では除去できない固くこびりついた堆積物さえ除去することが可能である。補助流体のジェット様の衝撃をとりわけ決定する流速およびパルス頻度は、乾燥する材料および他のプロセス条件に応じて調節する。

導入する水ミストまたは水蒸気の温度は、ケーキ（固まり）状となった付着物の種類および厚さに応じて選択することが好ましい。

本発明の一つの好ましい態様において、補助流体は内壁のセグメントの鱗片状物重複 (scale-like overlapping) によって形成された二重ジャケットの内壁内の多数のスロットを介して流れさせる。

乾燥塔の下方排出端部内に導入させる補助流体は、一般に製品粒状物の更なる乾燥を行うものでなくてよい。従って導入する水蒸気の過度の過熱は避けるべきである。補助流体の水蒸気は、それゆえ相応して高い相対湿分を有す。

補助流体、すなわち水ミストまたは水蒸気は、噴霧乾燥設備内での使用の為に様々な方法で調製し得る。しかし、好ましい態様では、補助流体は水蒸気であって、水蒸気サーキット（水蒸気回路、steam circuit）から取り出す。水蒸気は例えばコンデンサーとヒーターとの間で外部サーキットから分岐してもよい。

本発明のとりわけ一つの態様においては、塔の下方部分および／またはその中に位置する製品を更に冷却してよい。この態様では、微細な水ミストまたは冷却

した水蒸気を乾燥塔の下方部分、すなわち最も低い水蒸気入口と塔底の間の空間、ならびに塔壁用の冷却および洗浄媒体として使用する。補助剤を、例えば冷却した補助流体を介して導入してよく、それらを単独でも導入してよい。追加の冷却媒体の使用は、塔および／または乾燥する製品の少なくとも外側の部分を、ごく短時間で製品の粘着性や含水量を増加させることなく強く極めて急速に冷却するのに役立つ。乾燥工程の全体のバランス（収支）は、密閉されたガス回路内に導入したそれ程に少量の水によっては影響されない。導入した水または冷却した水蒸気は、乾燥水蒸気サーキットの液化段階を経て排出してよい。

冷却した水蒸気を使用する場合、100～150℃、特に110～120℃の範囲の温度が好ましい。水蒸気の源はいずれでもよいが、ヒーター段階の前に水蒸気サーキットの外側部分から取り出すことが好ましい。必要な低い温度範囲を維持させるには、水および／または冷却した水蒸気を塔の下方部分に広がる温度に応じて導入して、特にある温度またはある温度範囲を形成することが好ましい。もう1つの有益な態様では、コーンの断面にわたって均一な冷却を得る為に、冷媒（水および／または水蒸気）をある高さで塔のコーンの周りで均一な間隔で配列した幾つかのノズルの環を介して導入する。特に適当な態様においては、塔の下方部分、即ち、コーンの横断面および高さの両方にわたって均一な冷却を達成する為に、冷媒を異なった高さに配置した幾つかのノズルの環を介して導入する。

ここまで噴霧乾燥に関して本発明を説明してきたが、本発明の教示は噴霧乾燥に限定されるものでは決してない。ガス状の乾燥媒体を流通させる原理を使用する他の乾燥方法にも、本発明による教示を有益に使用できる。例えば、流動床で、あるいは固定したおよび／または動いている湿った粒状物について乾燥してもよい。

本発明は、本発明による原理を事実上すべての有用な材料および／またはそれらの混合物の乾燥に適用することに関する。特に重要な一つの態様において、熱感受性の湿った製品を、100℃以下の温度および常圧下で乾燥する。不活性高

温ガスストリームを使用した本発明の方法の使用は、特に湿潤剤、洗剤および清

淨剤製品またはそれらの成分、殺菌剤、除草剤並びに殺虫剤および／または医薬品あるいは化粧品の助剤並びに有用材料の分野の、粉塵爆発を起こし易い材料および／または毒性のある材料および／または溶剤を含有する材料および／または飛散する傾向のある材料の廃気のない乾燥または廃気を制御した乾燥において一般に重要である。

単独の乾燥工程として、または多段階の乾燥プロセスの一部として噴霧乾燥を実施する態様は、乳製品を含む食品、化粧品およびこれらの応用分野の助剤の製造において特に重要である。

食品工業および乳業での特別な例は、ミルク、ベービーフード、チーズ／乳漿製品、コーヒーホワイトナー (coffee whitener) 、卵、トマト、スパイス／ハーブ抽出物、スープ混合物、コーヒー／コーヒー代用品、ココナツミルク、調味料、醤油をベースにした食品の分野の粉末状または凝集物状に乾燥させた材料の製造を包含する。

医薬品の例は、鎮痛剤、抗生素、酵素、血漿／血漿代用品、接種材料、ビタミン、酵母を包含する。一般的な種類の常套の方法による化学工業の製品の例は、湿潤剤、洗剤および清浄剤製品ならびにそれらの成分に加えて、例えば触媒、染料／顔料、皮革なめし剤、有機および無機精密化学製品、殺菌剤、除草剤、殺虫剤、肥料および類似物である。セラミック産業での製品の例は、カーバイド、フェライト、窒化物、酸化物、シリケート、ステアタイトおよびチタネートを包含する。ポリマー化学製品、例えば尿素／ホルムアルデヒド樹脂およびメラミン／ホルムアルデヒド樹脂、PVC、PMMA および類似物もまた、本発明の教示の適用の例である。

## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l. Appl. No.  
PCT/EP 94/01987

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER	
IPC 5 B01D/18 A23C1/04 A23F5/34	
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC	
B. FIELDS SEARCHED	
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 5 B01D A23C A23F F26B	
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched	
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)	
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT	
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages
A	WO,A,92 05849 (HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN) 16 April 1992 cited in the application ---
A	US,A,2 911 036 (MELVIN E. LAZAR) 3 November 1959 ---
A	FR,A,2 009 857 (MORINAGA NYUGYO KABUSHIKI KAISHA) 13 February 1970 ---
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C. <input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.	
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "A" document member of the same patent family	
Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
19 October 1994	03.11.94
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.O. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 cpo nl Fax (+31-70) 340-3016	Authorized officer Van Belleghem, W

INTERNATIONAL SEARCH REPORT			Int'l. Application No PCT/EP 94/01987	
Patent document cited in search report	Publication date	Patent family number(s)	Publication date	
WO-A-9205849	16-04-92	DE-A- 4030688 EP-A- 0550508 JP-T- 6501415	02-04-92 14-07-93 17-02-94	
US-A-2911036		NONE		
FR-A-2009857	13-02-70	DE-A, C 1922608 GB-A- 1257999 NL-A- 6906107 US-A- 3596699	13-11-69 22-12-71 10-11-69 03-08-71	

フロントページの続き

(51)Int.Cl.<sup>6</sup> 識別記号 庁内整理番号 F I  
B 0 1 J 2/04 9546-4H C 1 1 D 11/02  
C 1 1 D 11/02 9140-3L F 2 6 B 3/12  
F 2 6 B 3/12 7329-4C A 6 1 K 9/14

C

(81)指定国 EP(AT, BE, CH, DE,  
DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M  
C, NL, PT, SE), AU, BG, BR, BY, C  
A, CN, CZ, FI, HU, JP, KR, KZ, LV  
NO, NZ, PL, RO, RU, SK, UA, US,  
VN

(72)発明者 ベック、ヴィルヘルム  
ドイツ連邦共和国 デーー40595 デュッ  
セルドルフ、カルローシュミットーシュト  
ラアセ 68番